

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representation of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY

As rescanning documents *will not* correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-235685

(43)公開日 平成9年(1997)9月9日

(51)Int.Cl. ⁹	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 F 4/00			C 2 3 F 4/00	A
C 2 3 C 16/44			C 2 3 C 16/44	B
16/50			16/50	

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 9 頁)

(21)出願番号	特願平8-201567	(71)出願人	000006633 京セラ株式会社 京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地の22
(22)出願日	平成8年(1996)7月31日	(72)発明者	伊東 裕見子 鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内
(31)優先権主張番号	特願平7-342297		
(32)優先日	平7(1995)12月28日		
(33)優先権主張国	日本(J P)		

(54)【発明の名称】 耐食性部材

(57)【要約】

【課題】従来から用いられているガラス、石英、ステンレス、アルミナなどのセラミックスでは、エッチングで表面性状が変化したり、腐食によってパーティクルが発生し、コンタミネーションの原因となっていた。

【解決手段】ハロゲン系腐食ガス或いはそのプラズマに曝される耐食性部材における少なくとも前記腐食ガスやプラズマに直接接触する部位を、該耐食性部材の使用温度よりも高融点の金属ハロゲン化物からなるか、または前記ガスおよび/またはプラズマとの反応によって、該耐食性部材の使用温度よりも高融点の金属ハロゲン化物を形成し得る金属或いはその化合物からなり、且つ前記腐食ガス及びプラズマとの反応によって前記使用温度よりも低融点の金属ハロゲン化物を形成し得るSi、B、Mo及びWなどの金属あるいはその化合物の含有量が金属換算で1重量%以下の部材によって構成する。

ATTORNEY-CLIENT PRIVILEGED COMMUNICATION

Tom,

Here is one of several data summaries from Japanes patent applications.

H09-235685

(21)Application number: **08201567** (71)Applicant: **KYOCERA CORP**
(22)Date of filing: **31.07.1996** (72)Inventor: **ITOU YUMIKO**

(30)Priority
Priority number: **07342297** Priority date: **28.12.1995** Priority country: **JP**

(54) CORROSION RESISTANT MEMBER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a member having high corrosion resistance to halogen base corrosive gases and plasma and used as inside wall materials, jigs and discharge tubes in a plasma treating device and a plasma device for producing semiconductors and liq. crystals.

SOLUTION: In a corrosion resistant member exposed to halogen base corrosive gases or the plasma thereof, at least the part in direct contact with the corrosive gases and plasma is composed of a member composed of metallic halide having the m.p. higher than the using temp. of the corrosion resistant member or of metal capable of forming metallic halide having the m.p. higher than the using temp. of the corrosion resistant member by the reaction between the gases and/or plasma or the compound thereof, and in which the content of metal such as Si, B, Mo, W or the like capable of forming metallic halide having the m.p. lower than the using temp. by the reaction between the corrosive gases and or plasma or the compound thereof is regulated to 1 wt.% expressed in terms of metal.

Note: In the Form column, the form of the material is always "Sintered body" except for SiO₂ ("Glass"), CaF₂ ("Fused mass") and NiO, CoO (Single crystal).

試料 No.	Material	Form	Reaction product, m.p.	Etch gas	Etch rate	Surface appearance	Rating	Surf. appearance
試料 No.	金属化合物	試料形態	反応生成物 融点 (°C)	エッチング剤	室温エッチング速度 (Å/min)	表面状態	総合評価	
* 1	BN	焼結体	BF ₃ -127	SF ₆	46500	ぼろぼろ	×	Heavy attack
* 2	SiO ₂	ガラス	SiF ₄ -90	CF ₄ + O ₂	950	白く曇る	×	White haze
* 3				SF ₆	860	白く曇る	×	
* 4	Si ₃ N ₄	焼結体	SiF ₄ -90	CF ₄ + O ₂	1480	粉状	×	powdery
* 5	TiN	PVD	TiF ₄ 284	CF ₄ + O ₂	770	基材露出	×	?
* 6	V ₂ O ₅	焼結体	VF ₄ 325	CF ₄ + O ₂	120	表面粗い	×	?
* 7	GaN	CVD	GaF ₃ 800	CF ₄ + O ₂	170	表面粗い	×	
8	SrO	焼結体	SrF ₂ 1190	CF ₄ + O ₂	8	変化なし	◎	No change
9				SF ₆	2	変化なし	◎	No change
10	MgO	焼結体	MgF ₂ 1260	CF ₄ + O ₂	1	変化なし	◎	No change
11				SF ₆	1	変化なし	◎	No change
12	CaF ₂	溶融体	CaF ₂ 1360	CF ₄ + O ₂	21	薄い紫に着色	○	Thin purple film
13	Ba	PVD	BaF ₂ 1280	CF ₄ + O ₂	10	変化なし	◎	No change
14	CeO ₂	焼結体	CeF ₃ 1324	CF ₄ + O ₂	3	変化なし	◎	No change
15				SF ₆	0.8	変化なし	◎	No change
16	La ₂ O ₃	PVD	LaF ₃ 1493	CF ₄ + O ₂	1	変化なし	◎	No change
17				SF ₆	0.3	変化なし	◎	No change
18	Sc ₂ O ₃	PVD	ScF ₃ 1515	CF ₄ + O ₂	0.8	変化なし	◎	No change
19				SF ₆	0.7	変化なし	◎	No change
20	Y ₂ O ₃	PVD	YF ₃ 1152	CF ₄ + O ₂	0.5	変化なし	◎	No change
21				SF ₆	0.6	変化なし	◎	No change
22	Yb ₂ O ₃	PVD	YbF ₃ 1157	SF ₆	1	変化なし	◎	No change
23	Al ₂ O ₃	焼結体	AlF ₃ 1040	CF ₄ + O ₂	39	やや曇る	○	Very slight haze
24				SF ₆	35	やや曇る	○	
25	AlN	焼結体	AlF ₃ 1040	CF ₄ + O ₂	32	やや曇る	○	Very slight haze
26				SF ₆	41	やや曇る	○	
27	Cr ₂ O ₃	焼結体	CrF ₃ 1100	CF ₄ + O ₂	12	変化なし	◎	No change
28				SF ₆	4	変化なし	◎	No change
29	NiO	単結晶	NiF ₂ 1000	CF ₄ + O ₂	32	変化なし	○	No change
30	CoO	単結晶	CoF ₂ 1200	CF ₄ + O ₂	7	変化なし	◎	No change
31	Fe ₂ N	PVD	FeF ₂ 1000	CF ₄ + O ₂	5	変化なし	◎	No change

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 1. Conditions: 7-10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from weight change. Gases CF₄/O₂ (90:10) or SF₆. Room temperature etch.

試料 No.	金属 化合物	試料 形態	反応 生成物	融点 (°C)	室温 エッチ速度 (Å/min)	表面 状態	総合 評価	
*32	BN	焼結体	BCl ₃	-107	5000	粉状	×	powdery
*33	SiO ₂	ガラス	SiCl ₄	-69	400	粉状	×	powdery
*34	Si ₃ N ₄	焼結体	SiCl ₄	-69	2300	粉状	×	powdery
*35	TiN	PVD	TiCl ₄	-30	1920	変色	×	Color change
*36	V ₂ O ₃	焼結体	VCl ₄	-28	300	変色	×	Color change
*37	GaN	CVD	GaCl ₃	78	1510	粉状	×	powdery
38	SrO	焼結体	SrCl ₂	873	15	変化なし	◎	No change
39	MgO	焼結体	MgCl ₂	712	10	変化なし	◎	No change
40	CaF ₂	溶融体	CaCl ₂	772	16	変化なし	◎	No change
41	Ba	PVD	BaCl ₂	962	40	変化なし	○	No change
42	CeO ₂	焼結体	CeCl ₃	822	3	変化なし	◎	No change
43	La ₂ O ₃	PVD	LaCl ₃	860	28	変化なし	○	No change
44	Sc ₂ O ₃	PVD	ScCl ₃	939	2	変化なし	◎	No change
45	Y ₂ O ₃	PVD	YCl ₃	680	9	変化なし	◎	No change
*46	Al ₂ O ₃	焼結体	AlCl ₃	190	320	やや曇る	×	Slight haze
*47	AlN	焼結体	AlCl ₃	190	1650	曇る	×	haze
48	Cr ₂ O ₃	焼結体	CrCl ₃	1150	17	変化なし	◎	No change
49	NiO	単結晶	NiCl ₂	1001	27	変化なし	○	No change
50	CoO	単結晶	CoCl ₂	724	23	変化なし	○	No change
*51	Fe ₃ N	PVD	FeCl ₃	282	1070	変色	×	Color change

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 2. Conditions: 10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from weight change. Gas: HCl

Material		Form	Reaction product, m.p.		Etch rate	Surface appearance	Rating	Surface appearance
試料 No.	金属化合物	試料形態	反応生成物	融点 (°C)	室温エッチ速度 (Å/min)	表面状態	総合評価	
*52	BN	焼結体	BBr ₃	-46	700	粉状	×	powdery
*53	SiO ₂	ガラス	SiBr ₄	5	150	曇る	×	haze
*54	Si ₃ N ₄	焼結体	SiBr ₄	5	510	粉状	×	powdery
*55	TiN	PVD	TiBr ₄	39	380	変色	×	Color change
*56	GaN	CVD	GaBr ₃	125	300	粉状	×	powdery
57	SrO	焼結体	SrBr ₂	643	35	変化なし	○	No change
58	MgO	焼結体	MgBr ₂	711	8	変化なし	◎	No change
59	CaF ₂	溶融体	CaBr ₂	760	30	変化なし	○	No change
60	Ba	PVD	BaBr ₂	847	36	変化なし	○	No change
61	Sc ₂ O ₃	PVD	ScBr ₃	960	7	変化なし	◎	No change
62	Y ₂ O ₃	PVD	YBr ₃	904	14	変化なし	◎	No change
63	Yb ₂ O ₃	PVD	YbBr ₃	956	12	変化なし	◎	No change
*64	Al ₂ O ₃	焼結体	AlBr ₃	98	157	変色	×	Color change
*65	AlN	焼結体	AlBr ₃	98	530	変色	×	Color change
66	Cr ₂ O ₃	焼結体	CrBr ₂	842	21	変化なし	○	No change
67	NiO	単結晶	NiBr ₂	963	10	変化なし	◎	No change
68	CoO	単結晶	CoBr ₂	678	43	変化なし	○	No change
*69	Fe ₂ N	PVD	FeBr ₂	684	122	変色	×	Color change

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 3. Conditions: 10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from weight change. Gas: HBr

Material		Form		Reaction product, m.p.		Etch rate	Surface appearance	Rating
試料 No.	金属化合物	試料形態	反応生成物	融点 (°C)	室温エッチ速度 (Å/min)	表面状態	総合評価	Surface appearance
*70	BN	焼結体	BI ₃	50	347	粉状	×	powdery
*71	SiO ₂	ガラス	SiI ₄	120	171	曇る	×	haze
*72	Si ₃ N ₄	焼結体	SiI ₄	120	293	粉状	×	powdery
*73	TiN	PVD	TiI ₄	150	204	変色	×	Color change
74	V ₂ O ₃	焼結体	VI ₃	800	13	変化なし	◎	No change
*75	GaN	CVD	Gal ₃	210	225	粉状	×	powdery
76	SrO	焼結体	SrI ₂	402	19	変化なし	◎	No change
77	MgO	焼結体	MgI ₂	650	11	変化なし	◎	No change
78	CaF ₂	溶融体	CaI ₂	575	34	変色	△	Color change
79	Ba	PVD	BaI ₂	740	24	変化なし	○	No change
80	CeO ₂	焼結体	CeI ₃	752	8	変化なし	◎	No change
81	La ₂ O ₃	PVD	LaI ₃	760	7	変化なし	◎	No change
*82	Y ₂ O ₃	PVD	YI ₃	120	180	やや曇る	×	Slight haze
*83	Al ₂ O ₃	焼結体	AlI ₃	191	88	やや曇る	×	Slight haze
*84	AlN	焼結体	AlI ₃	191	217	曇る	×	haze
85	Cr ₂ O ₃	焼結体	CrI ₃	600	23	変化なし	○	No change
86	NiO	単結晶	NiI ₂	797	19	変化なし	◎	No change
87	CoO	単結晶	CoI ₂	515	41	変化なし	○	No change
*88	Fe ₂ N	PVD	FeI ₂	587	116	変色	×	Color change

-Table 4. Conditions: 10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from weight change. Gas: HI

Material	Form	Reaction product, m.p.	Etch rate	Surface appearance	Rating	Surface appearance	
試料 No.	金属化合物	試料形態	反応生成物 融点 (°C)	300 °C イッチング速度 (Å/min)	表面状態	総合評価	Surface appearance
*89	SiO ₂	ガラス	SiF ₄ -90	8603	白く曇る	×	White haze
*90	BN	焼結体	BF ₃ -127	9852	曇る	×	haze
*91	TiN	焼結体	TiF ₄ 284	1440	曇る	×	haze
92	CaF ₂	溶融体	CaF ₂ 1360	52	薄い紫に着色	○	Thin purple
93	SrO	焼結体	SrF ₂ 1190	48	やや曇る	○	Slight haze
94	MgO	焼結体	MgF ₂ 1260	15	変化なし	◎	No change
95	Ba	PVD	BaF ₂ 1280	22	変化なし	○	No change
96	CeO ₂	焼結体	CeF ₄ 1324	10	変化なし	◎	No change
97	La ₂ O ₃	PVD	LaF ₃ 1493	8	変化なし	◎	No change
98	Sc ₂ O ₃	PVD	Sc ₂ O ₃ 1515	6	変化なし	◎	No change
99	Y ₂ O ₃	PVD	YF ₃ 1152	14	変化なし	◎	No change
100	Yb ₂ O ₃	PVD	YbF ₃ 1157	18	変化なし	◎	No change
101	Al ₂ O ₃	焼結体	AlF ₃ 1040	97	やや曇る	○	Slight haze
102	AlN	焼結体	AlF ₃ 1040	85	やや曇る	○	Slight haze
103	Cr ₂ O ₃	焼結体	CrF ₃ 1100	65	やや曇る	○	Slight haze
104	NiO	単結晶	NiF ₂ 1000	95	やや曇る	○	Slight haze
105	CoO	単結晶	CoF ₂ 1200	52	変化なし	○	No change
106	Fe ₂ N	PVD	FeF ₂ 1000	87	やや曇る	○	Slight haze

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 5. Conditions: 7-10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from weight change. Gas SF₆. 300C etch.

Material		Form		Wt% additive		Etch rate	Surface appearance	Rating	Surface appearance
試料 No.	金属化合物	試料形態	反応物 融点 (°C)	低融点金属 金属換算 (重量%)	反応物 融点 (°C)	300 °C エッチングレート (Å/min)	表面状態	総合 評価	
*107	AlN	焼結体	AlF ₃ (1040)	Si 1.2	SiF ₄ (-90)	520	脱粒	×	Grain pullout
108				Si 0.5		100	やや曇る	○	Slight haze
109				Si 0.3		90	やや曇る	○	Slight haze
*110	La ₂ O ₃	PVD	LaF ₃ (1493)	Mo 1.3	MoF ₆ (17.5)	153	曇る	×	haze
111				Mo 0.4		18	変化なし	◎	No change
*112	MgO	焼結体	MgF ₂ (1260)	B 1.2	BF ₃ (-127)	186	脱粒	×	Grain pullout
113				B 0.8		82	やや曇る	○	Slight haze
114				B 0.3		15	変化なし	◎	No change
*115	Cr ₂ O ₃	PVD	CrF ₃ (1100)	W 1.1	WF ₆ (17.5)	349	曇る	×	haze
116				W 0.5		95	やや曇る	○	Slight haze

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 6. Conditions: 7-10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from weight change. Gas SF₆. 300C etch. Mo, W variations

Material		Form		Wt% additive		Etch rate	Surface appearance	Rating	Surface appearance
試料 No.	金属化合物	試料形態	主反応物 融点 (°C)	低融点金属 金属換算 (重量%)	反応物 融点 (°C)	300 °C エッチング速度 (Å/min)	表面状態	評価	
* 117	CeO ₂	焼結体	CeCl ₃	Si 1.5	SiCl ₄	150	曇る	×	haze
118				Si 0.7		57	変化なし	◎	No change
* 119	La ₂ O ₃	PVD	LaCl ₃	Mo 1.3	MoCl ₅	248	曇る	×	haze
120				Mo 0.4		73	変化なし	◎	No change
* 121	MgO	焼結体	MgCl ₂	B 1.4	BCl ₃	224	脱粒	×	Grain pullout
122				B 0.8		94	やや曇る	△	Slight haze
123				B 0.3		69	変化なし	◎	No change
* 124	Cr ₂ O ₃	PVD	CrCl ₃	W 1.1	WCl ₆	139	曇る	×	haze
125				W 0.5		76	変化なし	◎	No change

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 7. Conditions: 7-10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from weight change. Gas HCl. 300C etch. Mo, W variations

Material		Form		Wt% additive		Etch rate		Surface appearance		Rating
試料 No.	金属化合物	試料形態	主反応物	融点 (°C)	低融点不純物 (重量%)	反応物	融点 (°C)	300 °C イオン速度 (A/min)	表面状態	評価
* 126	MgO	焼結体	MgBr ₂	711	B 1.4	HBr ₃	-46	134	曇る	×
127					B 0.8			68	変化なし	◎
* 128	Cr ₂ O ₃	PVD	CrBr ₂	842	W 1.1	WBr ₃	276	157	曇る	×
129					W 0.5			73	変化なし	◎

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 8. Conditions: 7-10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from weight change. Gas HBr. 300C etch. B,W variations

Material		Form		Wt% additive		Etch rate		Surface appearance		Rating
試料 No.	金属化合物	試料形態	主反応物	融点 (°C)	低融点不純物 (重量%)	反応物	融点 (°C)	300 °C イオン速度 (A/min)	表面状態	評価
* 130	La ₂ O ₃	PVD	LaI ₃	760	Mo 1.3	MoI ₂	250	108	曇る	×
131					Mo 0.4			46	変化なし	◎
* 132	MgO	焼結体	MgI ₂	650	B 1.2	BI ₃	50	139	曇る	×
133					B 0.8			83	やや曇る	△
134					B 0.3			61	変化なし	◎

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

Table 9. Conditions: 7-10Pa pressure, 1kW at 13.56MHz, 3 hour exposure. Etch rate determined from weight change. Gas HI. 300C etch. B,W variations